

キョウメイ



contents

JEOL RESONANCE 賞 受賞者インタビュー

最優秀若手ポスター賞 I 玉田 大輝氏 (筑波大学大学院)

最優秀若手ポスター賞 II 守谷 潤氏 (エーザイ株式会社)

Information

■ キャンペーンのお知らせ

NMR (核磁気共鳴装置) 講習会スケジュール

机に飾ろう! NMR 装置ペーパークラフト「新型 600MHz マグネット」

■ アプリケーションノート ■

- T₁ フィルターを利用した結晶相・非晶相信号の分離測定 ~ポリプロピレンへの応用
- 多スピン系に有効な同種核 J 分解分光法
- 試料混合装置 (ES-SM2/SM3) のご紹介

JEOL RESONANCE 賞 受賞者インタビュー

JEOL RESONANCE は「第 52 回 NMR 討論会」で、大学や公的機関の若手、企業で NMR を開発する若手を対象とした『若手ポスター賞 I』と昨年から新たに企業で NMR を使用する若手を対象とした『若手ポスター賞 II』の『最優秀若手ポスター賞』の副賞『JEOL RESONANCE 賞』として 10 万円の賞金と楯を贈呈いたしました。今回、各最優秀賞を受賞されたお二人にインタビューにお答えいただきました。



左から、玉田 大輝氏、穴井 孝弘 (弊社社長)、守谷 潤氏
中面に続く ▶

Information

キャンペーンのお知らせ



増税前 プレミアム割 キャンペーン

消費税 増税前のお得なキャンペーンです。プローブをはじめ、固体試料管やオートサンプルチェンジャーなどの付属品や分光計をお得に手に入れる、今年度最後のチャンスです。この機会をぜひお見逃しなく!

期間:2013年11月20日(水)~2014年2月28日(金)

詳細は、弊社ウェブサイトをご覧ください。
<http://www.j-resonance.com/>

「Delta」バージョンアップキャンペーン

分光計制御及びデータ解析ソフト「Delta」の最新版へのバージョンアップをしませんか?Windowsベースですので、非常に使いやすく、より進んだNMR測定・処理を体感できます。

キャンペーン特別価格 230万円~

期間:2013年12月5日(水)~2014年3月31日(月)

JEOL RESONANCE 賞 受賞者インタビュー

最優秀若手ポスター賞 I

「高温超伝導バルク磁石を用いた高分解能 MRI」

玉田 大輝 氏（筑波大学大学院）



研究はまだ途中

まず、今回の受賞に関して、共同研究者の仲村高志先生やイムラ材料開発研究所の伊藤様、柳様に感謝を申し上げます。高温超伝導バルク磁石に関するテーマでは、昨年に続いて二度目の挑戦でした。前回大会の研究では、かなり地味な実験を繰り返してバルク磁石の問題点を明らかにしました。この結果が今年の磁石の大幅改善に繋がっているため、今回の受賞によって、これまでの地道な研究が報われた気がしました。しかしながら、研究はまだ途中なので、来年はさらなる改善を施した上で NMR 討論会に挑もうと思います。

受賞内容について

NMR/MRI 用の磁石としては、現在ののと

ころ、永久磁石もしくは超伝導磁石が広く用いられています。しかしながら、永久磁石には磁場強度に限界 (< 2T) があります。また、従来の（低温）超伝導磁石は、システムが大型になりがちで、かつ寒剤（液体 He、N₂ 等）充填の必要性があります。これらの磁石に対して、私たちが開発した高温超伝導バルク磁石は、小型で寒剤不要、その上に高磁場の実現が可能といった画期的な特長を有しています。しかしながら、このような素晴らしい磁石にも静磁場均一性の不足や、マイスナー効果による勾配磁場の遮蔽といった問題が存在します。特に、この勾配磁場の遮蔽効果が原因で、これまで MRI の高分解能撮像が困難でした。そこで、今回の研究では、有限要素法シミュレーションによる最適化計算結果を元に、バルク磁石の構造を大幅に変更し、均

一な静磁場の実現と磁場遮蔽効果の低減に成功しました。さらに、開発した磁石を用いて MRI 高分解能撮像を行い、システムの有用性を示しました。

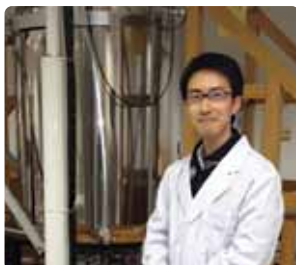
タイミングを逃してしまいました

実は使うタイミングを逃してしまって、まだ 10 万円の入った金封を開けていません。本当は当日に宴会代として使いたかったのですが、別の締め切りが迫っていて、それどころではありませんでした。10 万円は、日ごろお世話になっている研究室の学生の方々の忘年会の費用として使う予定です。また、残金は iPad Air 代に充てようと思っています。

最優秀若手ポスター賞 II

「TRAF6 を標的としたタンパク質間相互作用阻害剤の探索および構造解析」

守谷 潤 氏（エーザイ株式会社）



プロジェクトに対する評価

この度は、JEOL RESONANCE 賞を賜り、光栄に感じております。まず、共同研究者として多大なるサポートやアドバイスをいただきました東京大学の嶋田教授、産業技術総合研究所の竹内博士に心より御礼申し上げます。また本研究成果は、社内の多くの方々の努力によって達成されたものでもあります。したがって、今回の受賞は、私個人というよりは本プロジェクトに対してご評価いただいた結果と考えております。

受賞内容について

今回は、TRAF6 と RANK 受容体のタンパク質間相互作用を阻害する低分子化合物の探索研究について発表させていた

だきました。一般的にタンパク質間相互作用は界面が平坦であるため、その相互作用を阻害する低分子化合物探索はチャレンジングな試みです。本発表においては in silico スクリーニングと NMR によるヒット化合物の発見、合成展開による化合物構造の最適化、そして NMR と計算科学的手法を組み合わせた TRAF6・化合物複合体の構造解析について報告いたしました。また、今回の化合物探索の成功要因や、タンパク質間相互作用を標的とした創薬の一般的な戦略についても議論いたしました。

また、本発表におきましては、NMR が化合物探索のさまざまなステップにおいてフレキシブルに活用できる強みを有していることを、現場の実感として強調さ

せていただきました。

複雑な気持ちですが…

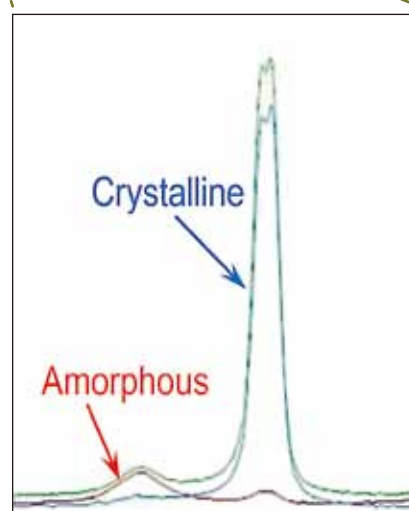
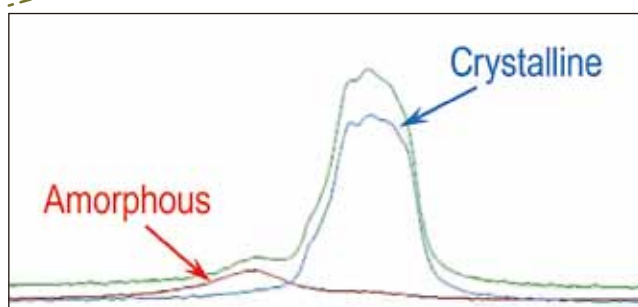
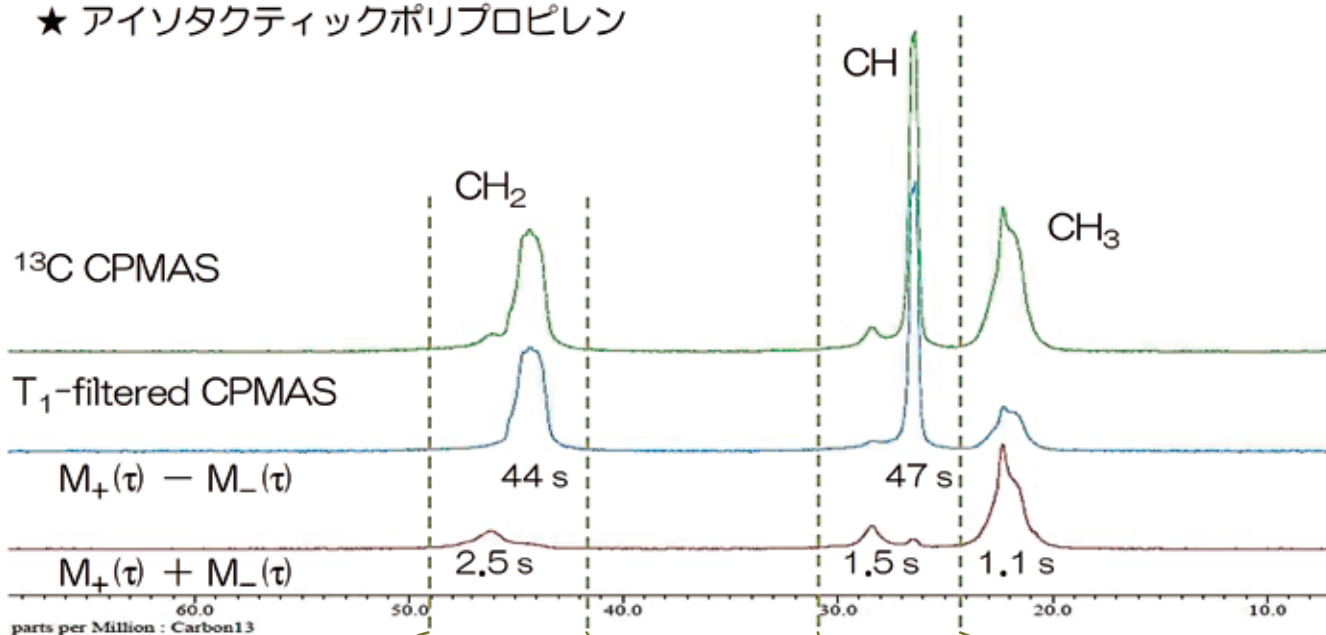
賞金 10 万円は、会社の所得とさせていただきます。個人としては複雑な気持ちではありますが、普段は会社のお金を使うばかりですので、収入面で社に貢献できて少し誇らしい気持ちでもあります。

今回は、創薬現場における NMR 活用法の一例をお示しし議論することを目的にポスター発表させていただきました。一方、我々の最終目的はあくまで新薬創出による患者様貢献です。将来、新薬創出という目的を達成し、その成果を発表できるよう、引き続き努力してまいります。

T₁フィルターを利用した結晶相・非晶相信号の分離測定 ～ ポリプロピレンへの応用 ～

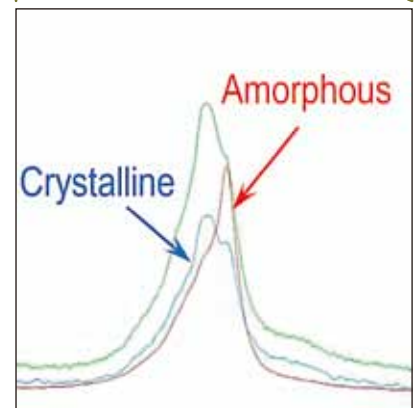
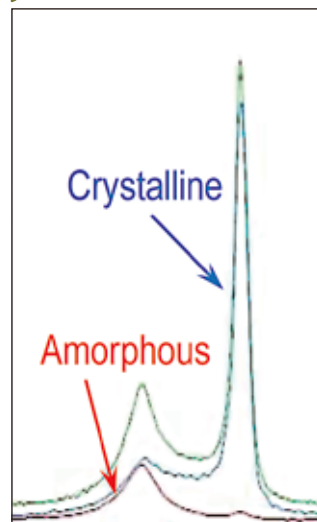
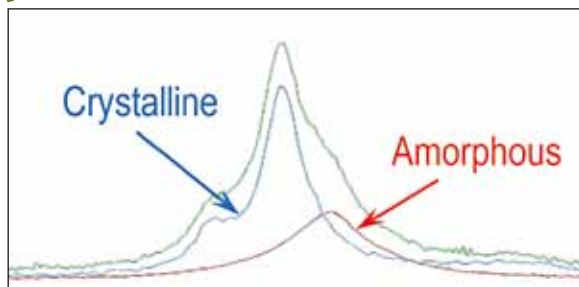
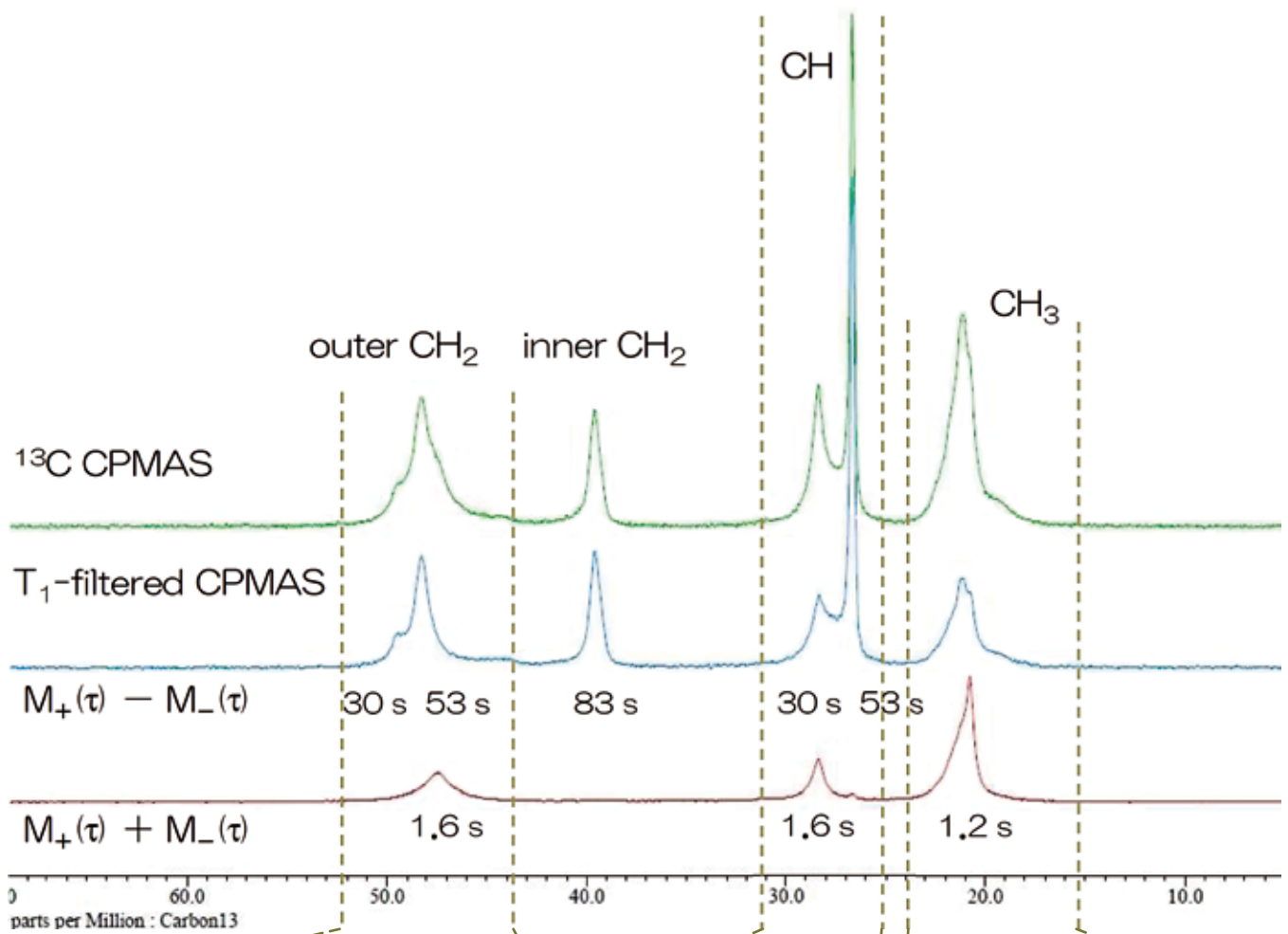
T₁フィルター法により結晶相と非晶相の信号を分離した例を示します。
(T₁ (¹³C)値を併せて表示しています)

★ アイソタクティックポリプロピレン



- ・ 使用機種：ECA600、3.2mm CPMAS プローブ
- ・ 測定時間：4 時間（各 ±z 方向準備 T₁ フィルター測定）
- ・ フィルター時間 τ：2 s

★ シンジオタクティックポリプロピレン



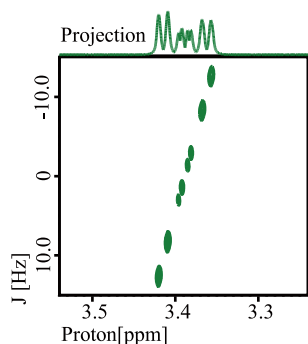
- 使用機種：ECA600、
3.2mm CPMAS プローブ
- 測定時間：4 時間
(各 ±z 方向準備 T1 フィルター測定)
- フィルター時間 τ : 2 s

多スピン系に有効な同種核J分解分光法

J分解分光法は複雑にスピン結合した1次元スペクトルに対して、J値を読んだり、カップリングのない1次元スペクトルをprojectionとして得ることができるので有用な測定法です。しかし前者の目的の場合、多スピン系の場合ではF1軸側に分裂が重なって、各J値を正確に求めることが難しくなります。

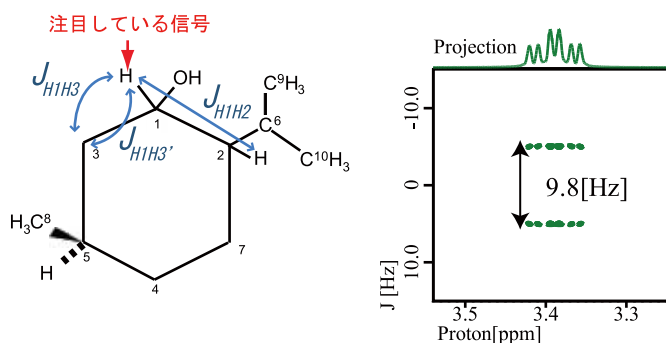
対して下記のような選択パルスを使用した同種核J分解分光法であるB-SERFph (Bi-SElective ReFocusing phased)では2本の信号を選択し、その信号間のスピン結合のみによって分裂したスペクトルパターンとなります。その結果、信号パターンが単純になり、ストロングカップリングの影響もなくなるため、解析が容易になります。

【同種核J分解分光法のH¹の相関信号の拡大図】



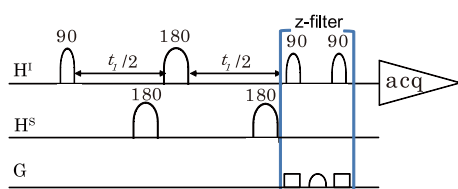
H¹ではH², H³, H^{3'}とのスピン結合による分裂があり、H¹と、どのHとのカップリングかわかりづらいスペクトルパターンとなっています。

【B-SERFphのH¹の相関信号の拡大図】



測定条件でH¹とH²の信号を選択し、 J_{H1H2} 以外の信号を励起せずに測定しているため、スペクトルパターンが単純で解析が容易です。

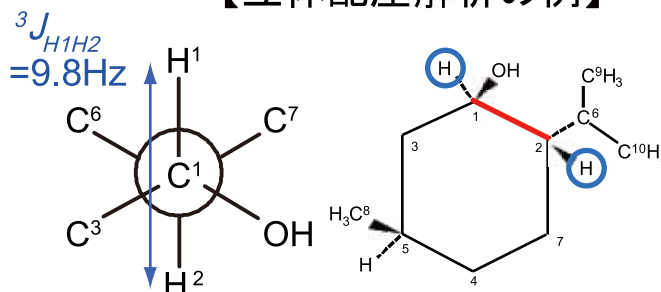
【パルスシーケンス】



L. Beguin, N. Giraud, J.M. Ouvrard, J. Courtieu, D. Merlet
JMR 209,41-(2009)

H¹にH¹の、H²にH²の信号領域を均一に励起できる条件をセットします。

【立体配座解析の例】



B-SERFphで求めたJ値よりH¹とH²がそれぞれ *anti* 配座であることが解析できます。

試料混合装置 (ES-SM2/SM3) のご紹介

複数の試料を混合することで生ずる短寿命のラジカルを測定するための装置です。ラインナップとして、2液混合タイプ(ES-SM2)と3液混合タイプ(ES-SM3)があります*。
 吸引ポンプによりキャビティ下部の試料混合部に導入・混合された反応液は、セル内に留まった状態(ストップ・フロー方式)でESR測定されます。フラットセルが標準装備されており、水溶液など誘電損失を伴う反応液でも感度ロスを抑えて高感度な計測が可能です。
 JES-X3シリーズESR装置のタイム・スイープモードと組み合わせることで、特定のESR信号強度を時間軸方向に記録でき、反応の進行に伴うラジカルをリアルタイムに追跡できます。

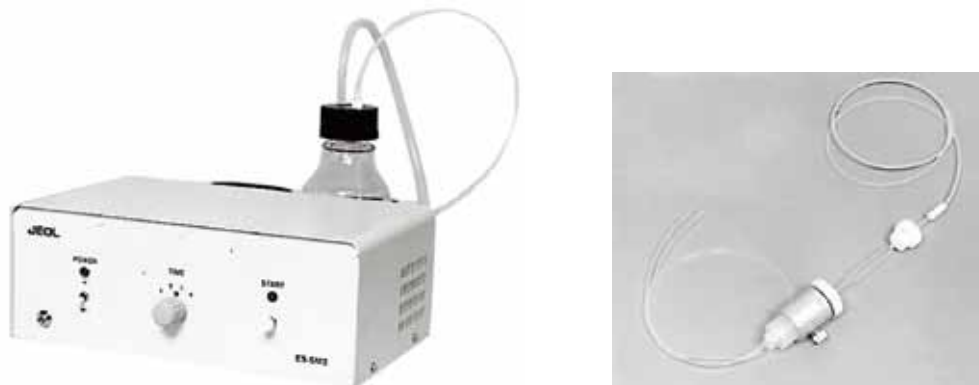


図1. 試料混合装置の構成部品。(左) コントロールユニット、(右) ミキシングユニット

ここでは、Fe(II)とH₂O₂の反応(Fenton反応)で生ずるOHラジカルを、スピントラップ法によりDMPOアダクトとして検出する例を示しました。2液混合方式を用い、試料1はFe(II)水溶液、試料2はH₂O₂とDMPOの混合溶液とし、最終濃度としてFe(II):1 μM, H₂O₂:500 μM, DMPO:440 μMになるよう調整しています。

2液が混合した瞬間に生ずるOHラジカルは、即座に周囲のDMPOが捕捉して安定なアダクトを形成します。図2(a)は、通常の磁場軸方向に掃引したESRスペクトル、図2(b)は、(a)で矢印の位置に磁場を固定し、時間軸方向に掃引したESRスペクトルです。信号強度の時間変化を解析することで、反応次数や反応速度に関する知見を得ることが可能です。

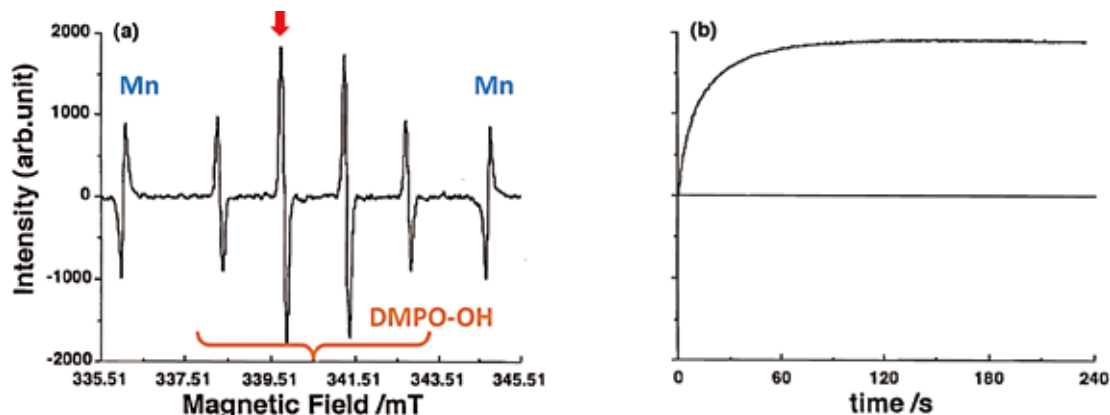


図2. Fenton反応で生じたOHラジカルをDMPOで捕捉したESR信号。(a) 磁場軸方向に掃引したESRスペクトル。中央の4本線(強度比1:2:2:1)が、DMPO-OHに由来。(b) (a)で矢印の位置に磁場を固定し、時間軸方向に掃引したESRスペクトル。

* 3液混合タイプ(ES-SM3)は、特殊工品品ですので事前にご相談ください。



核磁気共鳴装置 講習会スケジュール

弊社では製品をご採用いただいたお客様に装置の性能をフルに発揮していただけるよう定期的に講習を行っております。お客様の多様なニーズに合うように豊富なコースが準備されており、効果的に必要な知識・技能を習得していただくことができます。

■ 場所：日本電子株式会社
本社・昭島製作所 開発館

■ 時間：9：30～17：00

講習会のお申込みは

JEOL RESONANCE ホームページ内、講習会のページからお申込みください。
<http://www.j-resonance.com/training/>

JEOL RESONANCE

ソリューション・マーケティング部

TEL 0120-653-300

Email jri-training@j-resonance.com

NMR 定期講習 日程のお知らせ 2014年1月～6月

初級コース

NMR ビギナーズコース	(1日)	5/8(木)
構造解析初級コース	(1日)	5/9(金)

基本コース

溶液 NMR 基本 1st コース (Delta Ver.4)	(2日間)	2/5(水)～2/6(木) 4/15(火)～4/16(水) 6/3(火)～6/4(水)
溶液 NMR 基本 1st コース (Delta Ver.5)	(2日間)	1/21(火)～1/22(水) 3/4(火)～3/5(水)、5/21(水)～5/22(木)
溶液 NMR 基本 2nd コース (Delta Ver.4)	(1日)	2/7(金)、4/17(木)、6/5(木)
溶液 NMR 基本 2nd コース (Delta Ver.5)	(1日)	1/23(木)、3/6(木)、5/23(金)
固体 NMR 基本 コース (Delta Ver.4)	(2日間)	3/12(水)～3/13(木)
固体 NMR 基本 コース (Delta Ver.5)	(2日間)	2/19(水)～2/20(木)

応用コース

TOCSY (1D & 2D) コース (Delta Ver.4 & Ver.5)	(1日)	2/27(木)
NOESY (1D & 2D) コース (Delta Ver.4 & Ver.5)	(1日)	2/13(木)、6/18(水)
qNMR コース (Delta Ver.4 & Ver.5)	(1日)	1/17(金)、6/13(金)
多核 NMR 測定 コース (Delta Ver.4 & Ver.5)	(2日間)	1/29(水)～1/30(木) 5/29(木)～5/30(金)
拡散係数測定&DOSY コース (Delta Ver.4)	(1日)	1/15(水)、4/11(金)
拡散係数測定&DOSY コース (Delta Ver.5)	(1日)	4/8(火)
固体緩和時間測定&ROSY コース (Delta Ver.5)	(1日)	2/21(金)

メンテナンスコース

メンテナンス コース (Delta Ver.4)	(1日)	6/25(水)
メンテナンス コース (Delta Ver.5)	(1日)	6/27(金)

- * 初級コースは座学みの講習です。装置に依存しないので、JEOL 以外の装置のユーザの方や装置をお持ちでない方も、ご参加いただけます。
- * 溶液 NMR 基本 1st コースでは、Delta の使い方の説明と実習を行います。
- * 溶液 NMR 基本 2nd コース・応用コース・固体コースは、溶液 NMR 基本 1st コースを受講されてからのご参加をお勧めします。
- * コース名に (Delta Ver.4&Ver.5) とあるものは、Ver.4 と Ver.5 の講習を合同で行います。
- * 講習内容について詳しくは、別紙の「NMR 定期講習会のご案内」をご参照ください。

講習会の感想

溶液NMR基本1stコース(Delta Ver.5)を受講 測定を進める自信がついた

色々知識を持っているものの整理が全くついていなかったので、実作業をしながら学ぶことで、測定を進める自信ができました。他の講習も受けたくくなりました。ありがとうございました。

電機機器メーカー S・H様

溶液NMR基本1stコース + 溶液NMR基本2ndコース(Delta Ver.5)を受講 NMRのことを知る良い機会となった

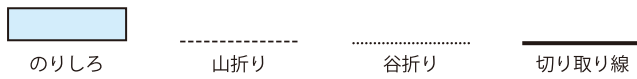
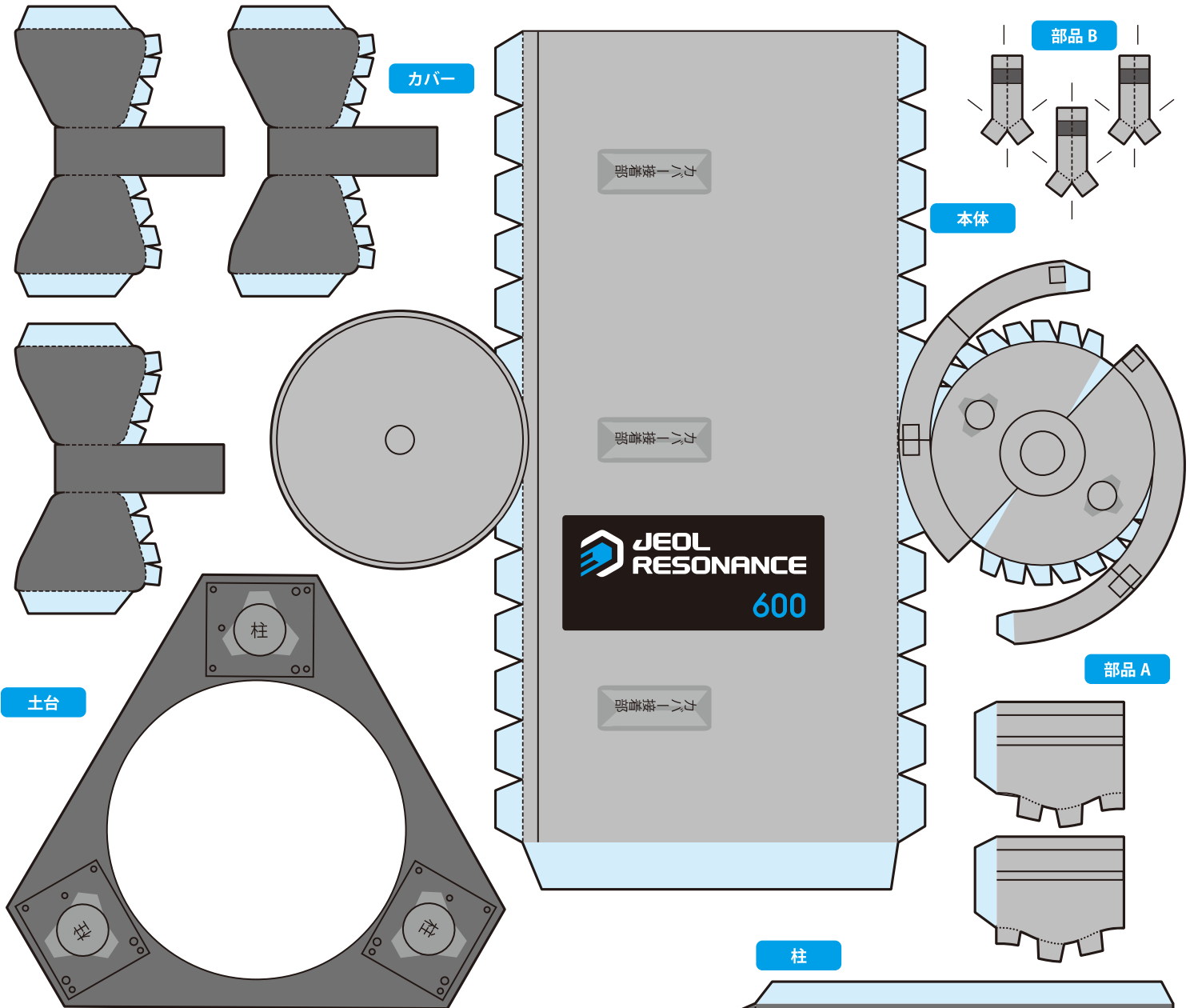
大変勉強になりました。Deltaの使い方だけではなく、これまであまり良く理解せずに使っていたパラメーターのことなど、NMR全般のことを知るとても良い機会となりました。

公的研究機関 Y・S様



新型 600MHz マグネット

■ 用意する道具 ハサミ、カッターナイフ、接着剤（木工用推奨）、
接着剤をのりしろに塗るための爪楊枝、ピンセット



組み立て説明

